

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-264649

(43)Date of publication of application : 26.09.2000

(51)Int.Cl.

C03B 8/04
// C03B 37/014

(21)Application number : 11-065948

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 12.03.1999

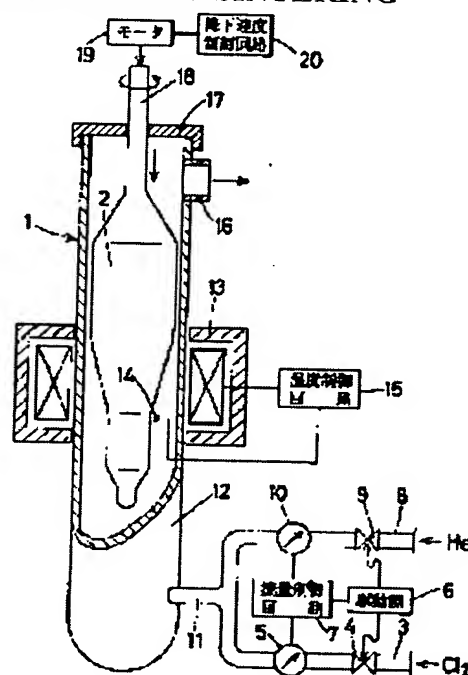
(72)Inventor : KAMIO TAKESHI
KOIDE HIROYUKI
TSUMURA HIROSHI
SHIMADA TADAKATSU
HIRASAWA HIDEO

(54) APPARATUS FOR SINTERING POROUS GLASS PREFORM AND SINTERING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide both an apparatus for sintering a porous glass preform capable of suppressing a difference in refractive index in the interior of a clad when sintering the porous glass preform and dehydrating and transparently vitrifying the porous glass preform and a method for sintering the porous glass preform.

SOLUTION: This apparatus 1 for sintering a porous glass preform 2 comprises a furnace core tube 12 comprising the porous glass preform 2 inserted therein and connected to an axial rod 18 and having a gas introduction tube 11 connected to a gas passage 3 for a dehydrating reaction and an inert gas passage 8 and further a heating source 13 capable of sintering the porous glass preform 2 which is lowering while rotating with a motor 19 connected to the axial rod 18 and arranged in the outer periphery of the furnace core tube 12. In this case, flow control valves 4 and 9 arranged in the course of the gas passage 3 for the dehydrating reaction and the inert gas passage 8 are connected to a flow rate control circuit 7 and the motor 19 is connected to a lowering speed control circuit 20. The heating source 13 is connected to a temperature control circuit 15.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

10.02.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3169357

[Date of registration]

16.03.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2000-264649

(P 2000-264649 A)

(43) 公開日 平成12年9月26日 (2000. 9. 26)

(51) Int. Cl. ⁷

識別記号

F I

テーマコード (参考)

C 03 B 8/04

C 03 B 8/04

M 4G014

// C 03 B 37/014

37/014

Z 4G021

審査請求

有

請求項の数 6

OL

(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-65948

(22) 出願日 平成11年3月12日 (1999. 3. 12)

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 神尾 剛

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学
工業株式会社群馬事業所内

(72) 発明者 小出 弘行

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学
工業株式会社精密機能材料研究所内

(74) 代理人 100088306

弁理士 小宮 良雄

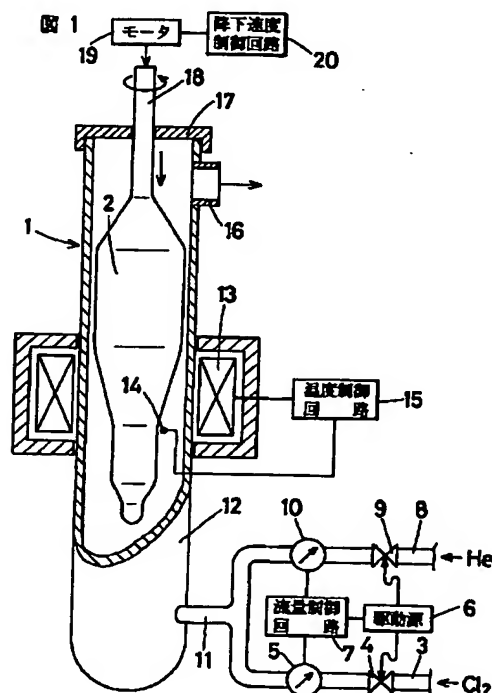
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多孔質ガラス母材の焼結装置および焼結方法

(57) 【要約】

【課題】 多孔質ガラス母材を焼結し、脱水および透明ガラス化の際、クラッド内部の屈折率差を抑制できる、多孔質ガラス母材の焼結装置および焼結方法を提供する。

【解決手段】 多孔質ガラス母材焼結装置1は、軸棒18に連結している多孔質ガラス母材2の挿入された炉心管12が、脱水反応用ガス経路3および不活性ガス経路8に接続したガス導入管11を有し、軸棒18に繋がったモータ19により回転しながら降下している多孔質ガラス母材2を焼結する加熱源13が炉心管12の外周に配置されている多孔質ガラス母材の焼結装置1において、脱水反応用ガス経路3と不活性ガス経路8の途中に配置された流量調整弁4、9には流量制御回路7、モータ19には降下速度制御回路20、および加熱源13には温度制御回路15が接続されている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 軸棒に連結している多孔質ガラス母材の挿入された炉心管が、脱水反応用ガス経路および不活性ガス経路に接続したガス導入管を有し、該軸棒に繋がったモータにより回転しながら降下している該多孔質ガラス母材を焼結する加熱源が該炉心管の外周に配置されている多孔質ガラス母材の焼結装置において、該脱水反応用ガス経路と該不活性ガス経路途中に配置された流量調整弁には流量制御回路、該モータには降下速度制御回路、および該加熱源には温度制御回路が接続されている多孔質ガラス母材焼結装置。

【請求項2】 流量制御回路を有する流量調整弁に接続したガス導入管から炉心管内に導入された脱水反応用ガスおよび不活性ガス雰囲気下、軸棒に連結され該炉心管に挿入されている多孔質ガラス母材を、該軸棒に連結され降下速度制御回路に接続されているモータにより回転しながら降下しつつ、該炉心管の外周に配置され温度制御回路に接続された加熱源により焼結する途中で、該流量制御回路により制御された不活性ガスの流量に対する脱水反応用ガスの流量の比、該降下速度制御回路により制御された降下速度、および該温度制御回路により制御された加熱源温度の少なくともひとつを変更することを特徴とする多孔質ガラス母材焼結方法。

【請求項3】 前記不活性ガスの流量に対する脱水反応用ガスの流量の比が、10～50%であることを特徴とする請求項2に記載の多孔質ガラス母材焼結方法。

【請求項4】 前記降下速度が、0.3～5.0mm/分であることを特徴とする請求項2に記載の多孔質ガラス母材焼結方法。

【請求項5】 変更前後の加熱源の温度差が50℃以内であることを特徴とする請求項2に記載の多孔質ガラス母材焼結方法。

【請求項6】 前記不活性ガスの流量に対する脱水反応用ガスの流量の比、前記降下速度、および前記加熱源温度の少なくともひとつを変更する位置が、複数であることを特徴とする請求項2に記載の多孔質ガラス母材焼結方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光ファイバの原材料となる多孔質ガラス母材を焼結して脱水および透明ガラス化する際に用いられる焼結装置、および多孔質ガラス母材の焼結方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 光ファイバは、主原料である四塩化ケイ素、および屈折率増加性ドーパ材を気化させ酸水素炎中で加水分解して生成したガラス微粒子が堆積している屈折率の高いコアと、主に四塩化ケイ素から生成したガラス微粒子が堆積しコアより屈折率の低いクラッドとからなる多孔質ガラス母材を原材料としている。多孔質ガラ

ス母材は通常、気相軸付け法（VAD法）や外付け化学蒸着法（OVD法）によりガラス微粒子を堆積させたものである。この多孔質ガラス母材を挿入した炉心管中で、脱水反応用ガスおよび不活性ガス存在下、母材を降下させつつ加熱して焼結し、脱水および透明ガラス化処理すると光ファイバ母材が得られる。これを所定径に延伸し、線引機で線引きすると光ファイバが得られる。

【0003】 多孔質ガラス母材を製造する際、気相軸付け法によりコアとクラッドを形成した後、そのクラッド外周にさらに、外付け化学蒸着法によるクラッドを成長させる方法がある。従来、この多孔質ガラス母材の焼結は、脱水反応用ガスである塩素ガスと不活性ガスの流量、母材の降下速度、および加熱温度の条件を一定に行っていたが、気相軸付け法により形成したクラッドと、外付け化学蒸着法により形成したクラッドとの間で脱水反応用ガスの残存率に差異が生じていた。焼結した光ファイバ母材に塩素ガスが1000ppm残存すると屈折率は約10⁻⁵増加するので、クラッド内の塩素ガス残存率の差異が、クラッド内に大きな屈折率差を生じさせ、光ファイバ母材の分散特性を低下させていた。さらに焼結の際、炉心管内で多孔質ガラス母材が降下するにつれ、炉心管内の温度勾配、炉心管内のガスの流速等が変化し、母材の軸方向で塩素ガスの残存率が不均一となり屈折率差が変動する結果、カットオフ波長を軸方向で一定にすることができないという問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、多孔質ガラス母材を焼結し、脱水および透明ガラス化する際、クラッド内部の屈折率差を抑制できる、多孔質ガラス母材の焼結装置および焼結方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 前記の目的を達成するためになされた本発明の多孔質ガラス母材焼結装置は、実施例に対応する図面により説明すると以下のとおりである。

【0006】 多孔質ガラス母材焼結装置1は、図1に示すとおり、軸棒18に連結している多孔質ガラス母材2の挿入された炉心管12が、脱水反応用ガス経路3および不活性ガス経路8に接続したガス導入管11を有し、軸棒18に繋がった連結したモータ19により回転しながら降下している多孔質ガラス母材2を焼結する加熱源13が炉心管12の外周に配置されている多孔質ガラス母材の焼結装置1において、脱水反応用ガス経路3と不活性ガス経路8の途中に配置された流量調整弁4、9には流量制御回路7、モータ19には降下速度制御回路20、および加熱源13には温度制御回路15が接続されている。

【0007】 本発明の多孔質ガラス母材焼結方法は、流量制御回路7を有する流量調整弁4、9に接続したガス

導入管 11 から炉心管 12 内に導入された脱水反応用ガスおよび不活性ガス雰囲気下、軸棒 18 に連結され炉心管 12 に挿入されている多孔質ガラス母材 2 を、軸棒 18 に連結され降下速度制御回路 20 に接続されているモータ 19 により回転しながら降下しつつ、炉心管 12 の外周に配置され温度制御回路 15 に接続された加熱源 13 により焼結する途中で、流量制御回路 7 により制御された不活性ガスの流量に対する脱水反応用ガスの流量の比、降下速度制御回路 20 により制御された降下速度、および温度制御回路 15 により制御された加熱源温度の少なくともひとつを変更するものである。

【0008】不活性ガスの流量に対する脱水反応用ガスの流量の比が、10～50%であることが好ましい。10%より少ないと脱水処理が完結しない。多孔質ガラス母材 2 の上部ほど脱水反応用ガスとの接触時間が長く、脱水反応用ガスが多量に浸入する。この比が 50%より多いと、脱水反応用ガスが多孔質ガラス母材へ過剰に浸入し、焼結後に不均一に残存して、クラッド内の屈折率差を増加させてしまう。不活性ガスの流量に対する脱水反応用ガスの流量の比を変更後に低くすることにより、多孔質ガラス母材への脱水反応用ガスの不均一な浸入を抑制することができる。

【0009】降下速度は、0.3～5.0mm/分であることが好ましい。0.3mm/分より遅いと、過剰に加熱することとなり焼結効率が悪くなる。5.0mm/分より速いと十分な加熱ができず焼結が完結しない。降下速度は、変更後に速くすることにより、多孔質ガラス母材の上部への過剰な塩素ガスの浸入を抑制し、長手方向の屈折率変動を少なくし、また、生産性を向上することができる。

【0010】変更前後の加熱源の温度差が 50℃以内であることが好ましい。温度差が 50℃を越えると焼結にムラが生じてしまう。加熱源 13 の温度は、1300～1600℃が好ましい。

【0011】加熱源 13 の温度を変更後に高くすると、多孔質ガラス母材 2 上部の過剰な脱水反応用ガスを十分に飛散させることができるのに加え、速度を速くしたことによりガラス化が不十分となってしまうように補うことができ、さらに焼結後の母材の軸方向における脱水反応用ガスの不均一な残存を抑制できる。

【0012】不活性ガスの流量に対する脱水反応用ガスの流量の比、降下速度、および加熱源温度の少なくともひとつを変更する位置が、複数であることが好ましい。

【0013】なお、ガス流量の比、降下速度、および加熱源温度を変更する際には、段階的に変化させてもよく、徐々に変化させてもよい。

【0014】本発明の多孔質ガラス母材焼結装置を用いて焼結すると、母材中の脱水反応用ガスの不均一な残留を抑制できるので、クラッド内部の屈折率差を均質にすることができる。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施例を詳細に説明する。図 1 には、本発明を適用する多孔質ガラス母材焼結装置の実施例の概要図が示されている。

【0016】多孔質ガラス母材焼結装置 1 は、図 1 に示すとおり、多孔質ガラス母材 2 を焼結するためのものである。多孔質ガラス母材焼結装置 1 は、蓋 17 に貫入している軸棒 18 に連結している多孔質ガラス母材 2 が挿入された炉心管 12 を有している。軸棒 18 に繋がったモータ 19 には、降下速度制御回路 20 が接続されている。多孔質ガラス母材 2 を焼結する加熱源 13 が炉心管 12 の外周に配置され、加熱源 13 には熱伝対 14 が設置され、熱伝対 14 には加熱源 13 を P I D 制御している温度制御回路 15 が接続されている。炉心管 12 の下方に繋がっているガス導入管 11 は、脱水反応用ガス経路 3 と不活性ガス経路 8 に分岐している。脱水反応用ガス経路 3 は流量調整弁 4 を介して脱水反応用ガス供給源（不図示）に、一方、不活性ガス経路 8 は流量調整弁 9 を介して不活性ガス供給源（不図示）に接続されている。脱水反応用ガス経路 3 途中の流量計 5 と不活性ガス経路 8 途中の流量計 10 とが、流量制御回路 7 に接続されている。流量制御回路 7 により制御されている駆動源 6 は、脱水反応用ガスの流量調整弁 4 と不活性ガスの流量調整弁 9 に繋がっている。炉心管 12 上方には排気管 16 が配置されている。

【0017】多孔質ガラス母材焼結装置 1 は、以下のように動作する。

【0018】気相軸付け法によりコアとクラッドを形成した後、そのクラッド外周に外付け化学蒸着法によりクラッドをさらに成長させた多孔質ガラス母材 2 を、炉心管 12 に挿入する。脱水反応用ガスである塩素ガスを供給源（不図示）から流量調整弁 4 により流量を制御してガス導入管 11 へ流し、同時に不活性ガスであるヘリウムガスを供給源（不図示）から流量調整弁 9 により流量を制御してガス導入管 11 へ流す。塩素ガスとヘリウムガスは混合されて、炉心管 12 内に導入される。

【0019】多孔質ガラス母材 2 は、降下速度制御回路 20 で降下速度が制御されて駆動しているモータ 19 により、回転しながら降下する。熱伝対 14 で感知した加熱源温度により、温度制御回路 15 は加熱源 13 を比例積分微分動作（P I D 動作）で制御している。多孔質ガラス母材 2 が加熱源 13 を通過すると、加熱により焼結され、脱水反応および透明ガラス化处理が施される。母材 2 が所定の位置まで降下したとき、降下速度制御回路 20 によりモータ 19 を所定の回転数に調整し、降下速度を変更する。また、熱伝対 14 で感知した温度が所定温度になるよう温度制御回路 15 により加熱源 14 の温度を変更する。流量制御回路 7 により駆動源 6 を駆動して、流量調整弁 4 および 9 を制御することにより、不活性ガス流量に対する脱水反応用ガスの流量の比を変更

し、引き続き焼結を行う。

【0020】前記実施例に従って、多孔質ガラス母材焼結装置1を用い、多孔質ガラス母材2を焼結した。

【0021】焼結開始当初には、1.2mm/分の降下速度で多孔質ガラス母材2を降下させながら、不活性ガスであるヘリウムガス流量に対し、流量が50%の脱水反応用ガスである塩素ガスを混合後、炉心管12内に10L/分の流量で混合ガスを導入し、加熱源13の温度を1600℃にして焼結した。母材2がストロークの50%の位置まで降下したところで、降下速度制御装置20によりモータ19を制御して降下速度を2.0mm/分に変更した。母材2がストロークの75%の位置まで降下したところで、降下速度を3.0mm/分に変更した。同時に、流量計5、10で所定の流量が流れるように流量制御回路7により駆動源6を駆動して、塩素ガス流量調整弁4およびヘリウムガス流量調整弁9を調整し、ヘリウムガス流量に対し、流量が30%の塩素ガスを混合後、炉心管12内に10L/分の流量で混合ガスを導入した。さらに、温度制御回路15により、加熱源13の温度を1630℃に制御して、焼結を継続した。

【0022】本発明を適用外の比較例として、多孔質ガラス母材の降下速度を常時2.3mm/分としたこと、ヘリウムガスに対して常時40%の塩素ガスの混合ガスを用いたこと、加熱源の温度は常時1590℃としたこと以外は本発明の実施例と同様に、多孔質ガラス母材を焼結した。

【0023】本発明の実施例と、比較例で焼結した母材の下端から上端に至る12箇所でクラッド内の屈折率を測定した。その結果を、図2に示す。横軸には母材の測定位置を示し、縦軸には、気相軸付け法により形成されたクラッドの屈折率から、外付け軸付け法により形成されたクラッドの屈折率を差し引いた屈折率差を示す。

【0024】図2から明らかなように、焼結後の母材の屈折率差の変動幅は、実施例では 2×10^{-5} 以下であり、比較例では実施例の6倍以上の変動が認められた。この変動幅が 5×10^{-5} 以内であると、光ファイバの伝送特性を損なわない。したがって、本発明の装置を用いて焼結した母材は高品質の特性を有している。

【0025】なお、この焼結装置は、気相軸付け法で形成したコアやクラッド、または外付け化学蒸着法で形成したコアやクラッドを焼結する際に用いてもよい。

【0026】

【発明の効果】以上、詳細に説明したように本発明の多孔質ガラス母材焼結装置を用いて焼結したとき、気相軸付け法による形成されたクラッドと、その外周に外付け化学蒸着法により形成されたクラッドとの焼結後の屈折率差を、ほぼ同等に抑制することができる。さらに、焼結後の母材の軸方向で屈折率差が平坦化しているのでカットオフ波長が変動しない。そのため焼結後の母材から、高品質の光ファイバを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

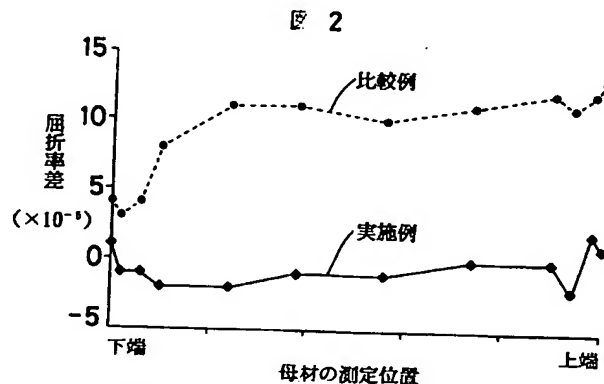
【図1】本発明を適用する多孔質ガラス焼結装置の実施例を示す概要図である。

【図2】本発明を適用する実施例と適用外の比較例における、焼結後の母材の位置と屈折率差との相関を示す図である。

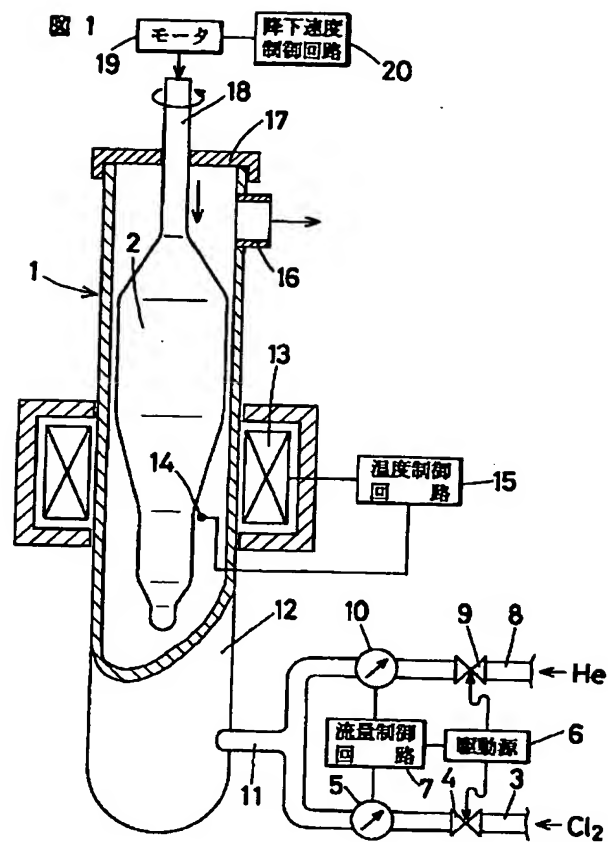
【符号の説明】

1は焼結装置、2は多孔質ガラス母材、3は脱水反応用ガス経路、4は流量調整弁、5は流量計、6は駆動源、7は流量制御回路、8は不活性ガス経路、9は流量調整弁、10は流量計、11はガス導入管、12は炉心管、13は加熱源、14は熱伝対、15は温度制御回路、16は排気管、17は蓋、18は軸棒、19はモータ、20は降下速度制御回路である。

【図2】



【図1】



フロントページの続き

(72) 発明者 津村 寛
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内
(72) 発明者 島田 忠克
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

(72) 発明者 平沢 秀夫
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内
Fターム(参考) 4G014 AH00
4G021 CA00